

# OPTICAL FILM OF EASY ADHESION

**Patent number:** JP2002205365  
**Publication date:** 2002-07-23  
**Inventor:** TAKI HIROSHI; MORISHIGE CHIKAO; HIGASHIURA MASAYA; SATO MASAYOSHI; MIZUNO NAOKI; MATSUOKA MIKIO  
**Applicant:** TOYO BOSEKI  
**Classification:**  
**- international:** *B32B7/02; B32B27/36; C08K7/16; C08L33/00; C08L67/00; C09J7/02; B32B7/02; B32B27/36; C08K7/00; C08L33/00; C08L67/00; C09J7/02; (IPC1-7): C09J7/02; B32B27/36; B32B7/02; C08K7/16; C08L33/00; C08L67/00*  
**- european:**  
**Application number:** JP20010002665 20010110  
**Priority number(s):** JP20010002665 20010110

[Report a data error here](#)

## Abstract of **JP2002205365**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide an optical film of easy adhesion which has few foreign substances in the surface of a base film and which is excellent in adhesion, water resistance, recovery properties and transparency and in heat whitening preventing properties in a post-processing process such as prism lens processing and a hard coat processing and further has few optical defects.

**SOLUTION:** The optical film of easy adhesion is a coated film prepared by using as a base a biaxially oriented polyester film containing no particle substantially and by providing a coating layer containing particles on one surface of the base at least. The number of pieces of the foreign substances existing in the surface of the base, having projections of a height 1  $\mu\text{m}$  or above and the maximum diameter 20  $\mu\text{m}$  or above and having indents of a depth 0.5  $\mu\text{m}$  or above within 100  $\mu\text{m}$  from a place adjacent to the projections is 10 pcs./m<sup>2</sup> or below. The value of the water resistance of the coated film is 90 or above and the value of discoloration after melt molding is 10 or below, while a change in a haze value after heating is 20% or below.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-205365

(P2002-205365A)

(43)公開日 平成14年7月23日(2002.7.23)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード*(参考)
B 3 2 B 27/36		B 3 2 B 27/36	4 F 1 0 0
7/02	1 0 3	7/02	4 J 0 0 2
C 0 8 K 7/16		C 0 8 K 7/16	4 J 0 0 4
C 0 8 L 33/00		C 0 8 L 33/00	
67/00		67/00	
審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 17 頁) 最終頁に続く			

(21)出願番号 特願2001-2665(P2001-2665)

(22)出願日 平成13年1月10日(2001.1.10)

(71)出願人 000003160

東洋紡績株式会社

大阪府大阪市北区堂島浜2丁目2番8号

(72)発明者 多喜 博

滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡

績株式会社フィルム開発研究所堅田フィル

ムセンター内

(72)発明者 森重 地加男

滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡

績株式会社フィルム開発研究所堅田フィル

ムセンター内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 光学用易接着フィルム

(57)【要約】

【課題】 基材フィルム表面に異物が少なく、接着性、耐水性、回収性、透明性に優れ、かつプリズムレンズ加工やハードコート加工等の後加工工程において、加熱白化防止性に優れ、さらに光学欠点が少ない光学用易接着フィルムを提供する。

【解決手段】 実質的に粒子を含有しない二軸延伸ポリエステルフィルムを基材とし、該基材の少なくとも片面に粒子を含有する被覆層を設けてなる被覆フィルムであって、前記基材表面に存在する、高さ1 $\mu$ m以上で最大径20 $\mu$ m以上の凸部と、凸部に隣接している所から100 $\mu$ m以内の深さが0.5 $\mu$ m以上である凹部を有する異物の個数が10個/m<sup>2</sup>以下であり、前記被覆フィルムの耐水性値が90以上、溶融成型後の変色値が10以下、加熱後のヘイズ値の変化が20%以下であることを特徴とする光学用易接着フィルム。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 実質的に粒子を含有しない二軸延伸ポリエステルフィルムを基材とし、該基材の少なくとも片面に粒子を含有する被覆層を設けてなる被覆フィルムであって、前記基材表面に存在する、高さ $1\mu\text{m}$ 以上で最大径 $20\mu\text{m}$ 以上の凸部と、凸部に隣接している所から $100\mu\text{m}$ 以内の深さが $0.5\mu\text{m}$ 以上である凹部を有する異物の個数が $10\text{個}/\text{m}^2$ 以下であり、前記被覆フィルムの耐水性値が90以上、溶融成型後の変色値が10以下、加熱後のヘイズ値の変化が20%以下であることを特徴とする光学用易接着フィルム。

【請求項2】 前記被覆層を構成する樹脂が芳香族ポリエステル系樹脂または酸価が $200\text{eq}/\text{t}$ 以上のアクリル系樹脂から選ばれる単独樹脂、2種以上の樹脂混合物、または共重合体樹脂であることを特徴とする請求項1記載の光学用易接着フィルム。

【請求項3】 請求項2記載の樹脂が、2重結合を有する酸無水物を含有する少なくとも1種のモノマーからなるラジカル重合体を5重量%以上含有することを特徴とする光学用易接着フィルム。

【請求項4】 前記被覆フィルムの被覆層の表面及び内部に存在する最大径が $100\mu\text{m}$ 以上の異物の数が $3\text{個}/\text{m}^2$ 以下であることを特徴とする請求項1乃至3記載の光学用易接着フィルム。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、光学用易接着フィルムに関し、詳しくは、光学欠点が少ない、透明性、接着性、耐水性、回収性に優れ、かつプリズムレンズ加工やハードコート加工等の後加工工程において優れた加熱白化防止性を有する光学用易接着フィルムに関するものである。

## 【0002】

【従来技術】二軸配向ポリエステルフィルムは優れた透明性、寸法安定性、耐薬品性から各種光学用フィルムとして多く利用されている。

【0003】特に、液晶表示装置に用いられるプリズムレンズシート用のベースフィルムやタッチパネル用ベースフィルム、バックライト用ベースフィルム、AR（アンチリフレクション）フィルム用のベースフィルムやCRT用の破碎防止フィルムの用途は、優れた強度、寸法安定性が要求されるため、ベースフィルムとして厚みが $100\mu\text{m}$ 以上の比較的厚手のフィルムが好適に用いられている。

【0004】このような光学用フィルムの基材として用いられるベースフィルムには、下記のような特性が要求されている。

1) 透明性に優れていること

2) プリズムレンズ加工やハードコート加工、AR加工

着性に優れていること

3) 前記の接着性が高湿・高湿度下でも低下しないこと（優れた耐水性）

4) 後加工工程での加熱処理時にフィルムの白化が少ないこと

5) 光学的な欠点となる異物が極力少ないこと

6) 環境保全の観点から、屑フィルムの回収利用が可能なこと

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】ところが、一般に二軸配向ポリエステルフィルムは、概して他の材料、例えばアクリル系樹脂を主成分とするプリズムレンズ層やハードコート層などとの接着性が悪いことが知られている。このため、ポリエステルフィルムの表面に、ポリエステルフィルムにアンカーコート層を設け接着性を改良することが一般的に行なわれている。

【0006】アンカーコート用樹脂として、多数の樹脂がこれまで提案されている。例えば、ポリエステルに代表される比較的極性が高いフィルムに対しては、水溶性あるいは水分散性のポリエステル系樹脂あるいはアクリル系樹脂を用いることが、特開昭54-43017号公報、特公昭49-10243号公報、特開昭52-19786号公報、特開昭52-19787号公報、特開昭58-124651号公報等で提案されている。しかしながら、これら従来の技術では接着性の改良効果が十分ではない。

【0007】そこで、ポリエステルフィルムの接着性を改良するために、グラフト変性を中心とした種々の変性ポリエステル樹脂をアンカーコート用樹脂として使用することが、例えば特開平2-3307号公報、特開平2-171243号公報、特開平2-310048号公報、特開平3-273015号公報、特公平3-67626号公報等で提案されている。しかしながら、このグラフト変性ポリエステル樹脂をアンカーコート用樹脂として用いることにより、接着性は向上するが、湿潤下での接着性に乏しいという問題がある。

【0008】このため、架橋剤を併用することにより湿潤下での接着性を向上させることが、特公平5-744633号公報、特公平6-24765号公報、特公平6-39154号公報、特公平6-39548号公報等で提案されている。しかしながら、架橋剤を併用することにより湿潤下での接着性は改良されるが、ポリエステルフィルム製造時に製品とならない屑フィルムは、ペレット状に溶融成型しフィルム原料として再利用する場合に、得られるフィルムは品位が低く、実用上再利用することができない。

【0009】したがって、たとえ耐水性及び接着性に優れる被覆ポリエステルフィルムであっても、フィルム製造時に製品とならない屑フィルムは廃棄されるか、ある

ある。そのため、製造コストが高く、かつ廃棄に伴う環境負荷の観点からも問題となっている。

【0010】さらに、光学用途等においてはフィルム加工時または加工後での高温環境下において、フィルムが白化して透明性が低下することや微かな表面突起が形成されるという問題がある。前記のフィルムの白化や微かな表面突起の形成は、フィルム中のポリエステルオリゴマーの結晶が表面へ析出することで発生する。

【0011】フィルム表面へのオリゴマー析出を抑制する方法として、固相重合により製造したオリゴマー含有量の少ないポリエステルを使用する方法（特開昭55-89330号公報、特開昭55-189331号公報）、フィルム表面をオリゴマー含有量の少ないポリエステルで被覆する方法（特開平11-300918号公報）等が提案されている。しかしながら、これらの方法のみでは接着性、耐水性、及び回収性をすべて改善することはできず、また公知のコーティングフィルムの技術と組み合わせたととしても、接着性、耐水性、回収性、加熱白化防止性のすべてに優れたポリエステルフィルムは得られていない。

【0012】また、二軸延伸ポリエステルフィルムは、滑り性、巻き性、耐ブロッキング性などのハンドリング性を付与するために、フィルム中に不活性粒子を含有させ、フィルム表面に微かな凹凸を形成させることが一般的に行なわれている。しかしながら、一般に粒子とポリエステルの屈折率の差は大きく、さらにフィルム延伸時に粒子周囲に発生するボイドにより、ポリエステルフィルム中に粒子を含有させることはフィルムの透明性を悪化させる原因となる。

【0013】また、基材フィルムを製膜する際、原料ポリマー中に異物が存在すると、製膜時の延伸工程でこの異物の周囲でポリエステル分子の配向が乱れ、光学的歪みが発生する。この光学的歪みのため、実際の異物の大きさよりもかなり大きな欠点として認識されるため、著しく品位を損なう。例えば、大きさ $20\mu\text{m}$ の異物でも、光学的には $50\mu\text{m}$ 以上の大きさとして認識され、さらには $100\mu\text{m}$ 以上の大きさの光学欠点として認識される場合もある。

【0014】高透明なフィルムを得るためには、基材フィルム中に易滑性を付与するための粒子を含有させないか、透明性を阻害しない程度に少量しか含有させないことが望ましい。しかしながら、粒子含有量が少なくフィルムの透明性が高くなるほど、微かな異物による光学欠点はより鮮明となる傾向にある。また、フィルムが厚手になるほど、フィルム単位面積当たりの異物の含有量が薄手のフィルムより多くなる傾向にあり、一層この問題は大きくなる。

【0015】一方、フィルムの透明性を高くするために、基材フィルム中に粒子を含有させないと、フィルム

のため、被覆層に粒子を含有させて、被覆層表面に凹凸を形成させる必要がある。

【0016】被覆層中に含有させる粒子としては、透明性の点から、可視光線の波長以下の極めて平均粒径が小さい粒子が好ましい。しかしながら、これらの微細粒子は粗大凝集物となりやすく、この粗大凝集物を含有する被覆層を基材フィルムに積層すると光学欠点の原因となる。

【0017】すなわち、本発明の目的は、前記従来の問題点を解消し、基材フィルム表面に異物が少なく、接着性、耐水性、回収性、透明性に優れ、かつプリズムレンズ加工やハードコート加工等の後加工工程において、加熱白化防止性に優れ、さらに光学欠点が少ない光学用易接着フィルムを提供することにある。

【0018】

【課題を解決するための手段】本発明は、上記のような状況に鑑みなされたものであって、上記の課題を解決することができた光学用易接着フィルムとは、以下のとおりである。

【0019】すなわち、本発明の第1の発明は、実質的に粒子を含有しない二軸延伸ポリエステルフィルムを基材とし、該基材の少なくとも片面に粒子を含有する被覆層を設けてなる被覆フィルムであって、前記基材表面に存在する、高さ $1\mu\text{m}$ 以上で最大径 $20\mu\text{m}$ 以上の凸部と、凸部に隣接している所から $100\mu\text{m}$ 以内の深さが $0.5\mu\text{m}$ 以上である凹部を有する異物の個数が $10\text{個}/\text{m}^2$ 以下であり、前記被覆フィルムの耐水性値が90以上、溶融成型後の変色値が10以下、加熱後のヘイズ値の変化が20%以下であることを特徴とする光学用易接着フィルムである。

【0020】第2の発明は、前記被覆層を構成する樹脂が芳香族ポリエステル系樹脂または酸価が $200\text{eq}/\text{t}$ 以上のアクリル系樹脂から選ばれる単独樹脂、2種以上の樹脂混合物、または共重合体樹脂であることを特徴とする第1の発明に記載の光学用易接着フィルムである。

【0021】第3の発明は、第2の発明に記載の樹脂が、2重結合を有する酸無水物を含有する少なくとも1種のモノマーからなるラジカル重合体を5重量%以上含有することを特徴とする光学用易接着フィルムである。

【0022】第4の発明は、前記被覆フィルムの被覆層の表面及び内部に存在する最大径が $100\mu\text{m}$ 以上の異物の数が $3\text{個}/\text{m}^2$ 以下であることを特徴とする請求項1乃至3記載の光学用易接着フィルムである。

【0023】

【作用】本発明の光学用易接着フィルムは、耐水性値が90以上であることが必要であり、好ましくは95%以上である。耐水性値が90%未満では、ポリエステルフィルムの被覆層にインキ層を形成させた際に、湿潤下で

は、UVシールインキを易接着ポリエステルフィルムの被覆層に塗布し、UV硬化させた後、加圧ボイル処理を120℃で1時間行い、次いでフィルムの被覆層面をJIS-K5400記載の方法で剥離試験を行なった際に、剥離せずに残ったインキの残存面積率(%)のことである。すなわち、湿潤下での被覆層の接着性の強さを示すパラメータである。

【0024】また、本発明の光学易接着フィルムは、溶融成型後の変色値が10以下であることが必要である。変色値が10を越えると、回収ペレットをフィルム原料として使用する際にポリエステルフィルムの品位の低下が著しくなる。

【0025】本発明で定義する溶融成型後の変色値とは、易接着ポリエステルフィルムを溶融成型したペレットと、溶融成型前の易接着ポリエステルフィルムとのカラーb値の差で表わされるパラメータである。

【0026】具体的には、易接着ポリエステルフィルムを短冊状に切断し減圧乾燥した後、モデル試験機により280℃の温度で溶融押出しし、水中で冷却し、次いで切断してペレットに成形する。このペレットを回収ペレットと略記する。回収ペレットとテスト前の易接着ポリエステルフィルムとのカラーb値を測定し、両者の差を溶融成型後の変色値と定義する。カラーb値とは、光電色度計で測定されるLab空間によるb値を意味する。

【0027】本パラメータを用いたバックグラウンドについて説明する。ポリエステルフィルムを製造する際に、テンターでの横延伸時にクリップで把持された両端部、スリット時に所定の製品幅に満たない両端部、品質面で格落ちしたロール状フィルム、製膜開始時及び終了時、条件変更時、トラブルなどにより、製品とならない屑フィルムが必ず発生する。一般的には、前記の屑フィルムは、フレーク状に砕いた後、押出し機で溶融され、ダイスからストランド状に水中へ吐出され、次いでペレット状にカットされ、回収ペレットとして再成形しフィルム原料として再利用される。

【0028】ところが、被覆層を有するポリエステルフィルムからなる回収ペレットを使用したフィルムは、回収ペレット製造時の熱履歴により被覆層が変質し、フィッシュアイの原因となる異物が存在したり、または着色等により品位が低くなる。そのため、透明性、異物に起因する粗大突起、フィッシュアイなどの欠点となる光学用途では、製品とならない屑フィルムをフィルム原料として再利用することができない。

【0029】この現象を詳しく解析し、モデルテストにより被覆層を有するポリエステルフィルムを再溶融してペレットに再成型し、該ペレットをフィルム原料とし二軸延伸した際のフィルムの変色値(溶融成型後の変色値)をパラメータとして用いることにより、実際に回収

見出した。その結果、回収ペレットを使用したフィルムの品位の低下を小さくするためには、すなわち、回収可能な易接着ポリエステルフィルムであるためには、溶融成型後の変色値を10以下とすることが必要である。

【0030】さらに、本発明の易接着ポリエステルフィルムは、加熱後のヘイズ値の変化が20%以下であることが必要である。好ましくは15%以下であり、特に好ましくは10%以下である。ヘイズ値の変化が20%を越えるとフィルムの白化が著しくなり、後加工工程で熱処理が行なわれる光学用途に本発明のフィルムを基材として使用した際に、外観及び性能への影響が無視できなくなる。

【0031】加熱後のヘイズ値の変化とは、150℃で30分間加熱した後のヘイズ値と、加熱する前の易接着ポリエステルフィルムのヘイズ値との差を意味する。このパラメータは、本発明の易接着ポリエステルフィルムが後加工工程で熱処理される際のフィルムの加熱白化をフィルム段階で予見し品質を管理するために用いられるものである。

【0032】本発明の易接着フィルムは、光学用部材の基材として使用されるため、光学欠点の原因となる異物は可能な限り低減させる必要がある。異物は大きく分けて、(1)原料ポリエステル中の触媒(重縮合反応触媒、エステル交換反応触媒)、添加剤(アルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩のような静電密着改良剤、リン酸またはリン酸塩のような熱安定剤など)の凝集物、金属還元物に起因するもの、(2)外部から混入したコンタミ物、(3)高融点有機物、などに分類される。

【0033】溶融樹脂の押し出し工程において濾材を通過する微細な異物であっても、シート状溶融ポリエステル樹脂の冷却過程において異物の周囲で結晶化が進み、次工程の延伸工程において延伸の不均一性を引き起こし、微小な厚みの差異を生じせしめレンズ状態となる。ここでは光はレンズがあるかの様に屈折又は散乱し、肉眼で観察した時には実際の異物より大きく見えるようになる。この微小な厚みの差は、凸部の高さや凹部の深さの差として観測することができ、凸部の高さが1μm以上で、凸部に隣接する凹部の深さが0.5μm以上であると、レンズ効果により、大きさが20μmの形状の物でも肉眼的には50μm以上の大きさとして認識され、さらには100μm以上の大きさの光学欠点として認識される場合もある。基材フィルム中に粒子を実質的に含有しない高透明なフィルムでは、微小な凹凸による光学欠点はより鮮明となる傾向にある。また、厚手のフィルムの表面は薄手のフィルムより急冷となりやすく、結晶化が進む傾向にあり、一層この問題は大きい。

【0034】本発明で用いる基材フィルムは、高さ1μm以上で最大径20μm以上の凸部と、凸部に隣接している所から100μm以内の深さが0.5μm以上であ

と少ないため、光学用部材として使用した際の光学欠点が少ないという特徴を有する。

#### 【0035】

【発明の実施の形態】以下、本発明の光学用易接着フィルムにおける実施の形態を詳細に説明する。

【0036】（基材フィルム用ポリエステル樹脂）本発明の基材フィルムとして用いられるポリエステルフィルムは、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリエチレン-2, 6-ナフタレート又はこれらの樹脂の構成成分を主成分とする共重合体が用いられるが、なかでもポリエチレンテレフタレートから形成された二軸延伸フィルムが特に好適である。

【0037】ポリエステルの重合方法としては、ジカルボン酸とグリコールをエステル化反応させ、次いで重縮合反応を行う直接重合法、あるいはジカルボン酸塩とグリコールをエステル交換反応させ、次いで重縮合反応を行うエステル交換法、など公知の方法を適用することができる。

【0038】上記ポリエステル樹脂には、重縮合触媒（エステル交換法の場合には、エステル交換反応触媒も使用される）、リン酸またはリン酸塩などの熱安定剤が必須成分として用いられる。これら以外に、アルカリ金属塩やアルカリ土類金属塩も適性量含有させ、これらの金属塩とリン原子のモル比を制御することで、シート状の溶融ポリエステル樹脂を回転冷却ロール上に静電印加法により密着固化させ、厚みの均一な未延伸シートを安定して得ることができる。

【0039】ポリエステルの代表的な重縮合触媒として、三酸化アンチモン、アンチモングリコラートなどのSb系触媒、Ge系触媒、Ti系触媒がある。透明性、熱安定性、価格の点から、フィルム用ポリエステル樹脂の重縮合触媒としては、一般的に三酸化アンチモン（ $Sb_2O_3$ ）が使用されている。

【0040】特に、重縮合触媒として $Sb_2O_3$ を使用した場合、重合時及び／または未延伸ポリエステルフィルムの製造時に、 $Sb_2O_3$ が金属Sbに還元され、フィルム表面に凝集物として析出しやすくなる。これがフィルムにおける光学欠点の原因の1つとなるため、重縮合時間を著しく遅くしない範囲で、できるだけ $Sb_2O_3$ の含有量を低減させることが好ましい。

【0041】したがって、本発明のように光学用途に使用する場合には、 $Sb_2O_3$ 含有量を、汎用フィルム原料に使用するポリエステル樹脂に比べ、低減させておくことが光学欠点を低減する上で有効である。

【0042】高さ $1\mu m$ 以上で最大径 $20\mu m$ 以上の凸部と、凸部に隣接している所から $100\mu m$ 以内の深さが $0.5\mu m$ 以上である凹部を有する異物をフィルム表面に $10個/m^2$ 以下とするためには、ポリエステル樹脂中の $Sb_2O_3$ の含有量をSb元素として $50\sim 250$

ppmであらに好ましく、特に好ましくは $70\sim 150ppm$ である。

【0043】また、前記ポリエステル樹脂中には、粒子を実質上含有させないことが必要である。粒子が実質上含有しないとは、原子吸光分析法や発光分析法など予め他の分析法で定量分析し作成した蛍光X線分析法の検量線を用いて粒子に起因する元素を定量した際に、その含有量が検出限界以下となる含有量を意味する。

【0044】しかしながら、例えばエステル交換触媒に用いられる酢酸カルシウムと炭酸カルシウム粒子、リン酸カルシウム粒子などでは、元素としてカルシウムが共通しており、カルシウム元素が触媒なのか粒子なのかの判別が困難な場合がある。このような場合には、ポリエステル樹脂またはポリエステルフィルムをヘキサフルオロイソプロパノール／クロロホルム（ $=2/3$ ；体積比）で溶解し、次いで遠心分離して粒子を分離した後、デカンテーションを行い、原子吸光分析法や発光分析法などで上澄み液中の触媒起因のカルシウム元素量を定量する。そして、ポリエステル中の総カルシウム含有量と触媒に用いたカルシウム元素量との差異より、粒子起因のカルシウム元素量を算出することができる。

【0045】さらに、重縮合完了後PET樹脂を孔径（95%カット）が $7\mu m$ 以下のナスロン製フィルターで濾過処理を行ったり、溶融樹脂をストランド状に冷却水中に押し出す際に予め冷却水を濾過処理（孔径： $1\mu m$ 以下）し、かつこの工程を密閉した部屋とし、ヘパフィルターで環境中の $1\mu m$ 以上の異物を低減させておくことは、基材フィルムの原料となるPET樹脂中の大きさ $20\mu m$ 以上の異物をフィルムの単位面積当たり $10個/m^2$ 以下とするのに好ましい。

【0046】また、ポリエステル樹脂の固有粘度は、 $0.45\sim 0.80dl/g$ の範囲が好ましい。固有粘度が $0.45dl/g$ 未満であると、フィルム製造時に破断が多発しやすくなる。一方、固有粘度が $0.80dl/g$ を超えると、濾圧上昇が大きくなり高精度濾過が困難となる。さらに、フィルムの熱収縮率も悪化する。

【0047】本発明において、ポリエステル樹脂を製造した後、低オリゴマー処理、及び触媒失活処理あるいはオリゴマー再生抑止処理を行うことは、加熱後のヘイズ値の変化を20%以下とするための重要な手段の1つである。ポリエステル樹脂として、ポリエチレンテレフタレート樹脂を例に挙げて説明する。

【0048】ポリエチレンテレフタレートフィルム中に含有されている、環状3量体に代表されるオリゴマー量を低減するためには、まず原料レジンに窒素などの不活性ガス雰囲気下、 $1.0MPa$ より高く $2.0MPa$ 以下、より好ましくは $1.0MPa$ より高く $1.4MPa$ 以下の加圧下で、 $180^\circ C$ 以上 $250^\circ C$ 以下、より好ましくは $200^\circ C$ 以上 $230^\circ C$ 以下に加熱し、12時間以

である。

【0049】このとき、雰囲気中に酸素が存在すると酸化反応による着色などの障害が発生し、水蒸気が存在すると加水分解反応によってポリエチレンテレフタレートの重合度が低下しフィルムの強度低下などの障害が発生する。不活性雰囲気の気圧が1.0MPaより低い場合には、外気とともに酸素や水蒸気が侵入しないよう特別に設計された装置が必要となり、2.0MPa気圧より高い気圧下で処理をしても低オリゴマー化の効果は変わらない。

【0050】低オリゴマー化処理の温度が250℃より高いと、レジンの融着や溶融、変色などの障害を招き、180℃より低いと十分な低オリゴマー化効果が得られない。処理時間が12時間より短いときも十分な低オリゴマー化効果が得られず、36時間より長く処理を続けても、フィルムの熱処理によるヘイズ上昇に及ぼす効果は変わらない。

【0051】レジンの低オリゴマー化処理に引き続き、触媒活性を低下させる失活処理、例えば、酸化、還元、水和などの化学処理、およびまたは音波、電磁波照射などの物理処理により、触媒活性を低下または失わせる処理を行っても良い。また、ポリエステル末端OH基に、例えばエーテル化などの化学修飾を施して環状3量体などのオリゴマー再生反応を抑止しても良い。

【0052】(被覆層)本発明で基材フィルムの被覆層に用いる樹脂は、特に限定されるものではないが、例えばポリエステル樹脂、アクリル樹脂、ポリウレタン樹脂等が挙げられる。なかでも、芳香族ポリエステル系樹脂または酸価が200eq/t以上のアクリル系樹脂から選ばれる1種以上の樹脂または2種以上の共重合体が好ましい。この共重合体にはブロック体及びグラフト体が含まれる。

【0053】芳香族ポリエステル系樹脂とは、ポリエステルの酸成分中、芳香族ジカルボン酸成分が30モル%以上含有する樹脂をいう。芳香族ジカルボン酸成分が30モル%未満であると、ポリエステルの加水分解性が顕著となり耐水性が悪化する。

【0054】前記のアクリル系樹脂における酸価とは、樹脂溶液等を100Paの減圧下、80℃で2時間乾燥させた後の固形分を、濃度既知のエタノール性水酸化カリウム溶液で滴定して求めた値である。酸価が200eq/t未満では、本願の特性を満足することが不十分となる。アクリル系樹脂の酸価を200eq/t以上とすることで、本願の特性を満足することができる。アクリル樹脂の酸価を200eq/t以上とするためには、分子中に酸性基を含有させる必要がある。しかしながら、酸性基であってもスルホン酸ナトリウムのように金属塩になっている場合は、加熱しても変化せず本願の酸価を達しないばかりか、かえって被覆層の耐水性を悪化さ

【0055】被覆層の耐水性を悪化させない酸性基としては、樹脂自体の安定性等から加熱後に分解して極性が低下するカルボン酸のアミン塩が例示される。使用することができるアミンは、塗膜の乾燥条件で気化することが必要であり、例えばアンモニウム、ジエチルアミン、トリエチルアミン等が挙げられる。

【0056】さらに好ましくは、芳香族ポリエステル系樹脂または酸価が200eq/t以上のアクリル系樹脂から選ばれる1種以上の樹脂または2種以上の共重合体が、2重結合を有する酸無水物を含有する少なくとも1種のモノマーからなるラジカル重合体を5重量%以上含有することである。5重量%未満では耐水性の効果が不十分となりやすい。

【0057】前記の酸無水物を樹脂中に導入することにより、樹脂分子間で架橋反応を行うことが可能となる。すなわち、樹脂中の酸無水物はコート液中等により加水分解等によりカルボン酸に変化し、乾燥及び製膜中の熱履歴により、分子間で酸無水物または他の分子の活性水素基と反応してエステル基等を生成し、塗布層の樹脂の架橋を行い、耐水性及び加熱白化防止性等を発現することができる。

【0058】2重結合を有する酸無水物を含有するモノマーとしては、無水マレイン酸、無水イタコン酸、2,5-ノルボネンジカルボン酸、テトラヒドロ無水フタル酸等が挙げられる。また、ラジカル重合体は、他の重合性不飽和単量体との共重合体であってもよい。

【0059】他の重合性不飽和単量体としては、(1)フマル酸、フマル酸モノエチル、フマル酸ジエチル、フマル酸ジブチルなどのフマル酸のモノエステルまたはジエステル、(2)マレイン酸、マレイン酸モノエチル、マレイン酸ジエチル、マレイン酸ジブチルなどのマレイン酸のモノエステルまたはジエステル、(3)イタコン酸、イタコン酸のモノエステルまたはジエステル、

(4)フェニルマレイミド等のマレイミド等、(5)スチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン、 $t$ -ブチルスチレン、クロロメチルスチレンなどのスチレン誘導体、(6)ビニルトルエン、ジビニルベンゼンなど、(7)アルキルアクリレート、アルキルメタクリレート(アルキル基としてはメチル基、エチル基、 $n$ -プロピル基、イソプロピル基、 $n$ -ブチル基、イソブチル基、 $t$ -ブチル基、2-エチルヘキシル基、シクロヘキシル基、フェニル基、ベンジル基、フェニルエチル基等)などのアクリル重合性単量体、(8)2-ヒドロキシエチルアクリレート、2-ヒドロキシエチルメタクリレート、2-ヒドロキシプロピルアクリレート、2-ヒドロキシプロピルメタクリレートのヒドロキシ含有アクリル単量体、(9)アクリルアミド、メタクリルアミド、 $N$ -メチルメタクリルアミド、 $N$ -メチルアクリルアミド、 $N$ -メチロールアクリルアミド、 $N$ -メチロールメタクリルアミド、 $N$ -

アクリルアミド、N-メトキシメチルメタクリルアミド、N-フェニルアクリルアミドのアミド基含有アクリル単量体、(10) N、N-ジエチルアミノエチルアクリレート、N、N-ジエチルアミノエチルメタクリレートのアミノ基含有アクリル単量体、(11) グリシジルアクリレート、グリシジルメタクリレートのエポキシ基含有アクリル単量体、(12) アクリル酸、メタクリル酸、及びそれらの塩(ナトリウム塩、カリウム塩、アンモニウム塩)、などのカルボキシル基またはその塩を含有するアクリル単量体、などが挙げられる。

【0060】本発明の被覆層形成のために使用される塗布液は、有機溶媒系または水系溶媒が主たる構成成分である。前記でも述べたように、被覆層を形成する樹脂としては、芳香族ポリエステル系樹脂または酸価が200 eq/t以上のアクリル系樹脂から選ばれる1種以上の樹脂または2種以上の共重合体が、2重結合を有する酸無水物を含有する少なくとも1種のモノマーからなるラジカル重合体を5重量%以上含有していることが好ましい。

【0061】この場合、塗布液調整時に酸化合物を添加することが特に好ましい。この酸化合物の添加により、樹脂中のカルボン酸基の酸無水化及びエステル化反応を促進させて樹脂の架橋を向上させることができるため、本発明の積層ポリエステルフィルムにおける重要な構成要件である耐水性値を90%以上とするのに好適である。

【0062】酸化合物の添加量は、樹脂に対して1~10重量%の範囲が好ましい。また、酸化合物として種々の化合物を使用することが可能であるが、被覆層形成時の熱で気化しやすく、被覆層中の残留量が少なくかつ残留時の悪影響が小さい、低沸点のカルボン酸が好ましい。低沸点のカルボン酸としては、蟻酸、酢酸、プロピオン酸、酪酸、吉草酸、ヘプタン酸等を挙げることができる。

【0063】本発明において、耐水性値及び変色値を満足するためには、前記の酸無水物を用いた架橋反応を行う際に、窒素原子またはフェノール類を含まない架橋剤または架橋触媒を使用することが好ましい。

【0064】窒素原子またはフェノール類を含む架橋剤または架橋触媒は、熱等により酸化・分解し、窒素原子及び芳香環を中心とした共役構造を有する化合物を生成する。その結果、着色が著しくなる。しかしながら、本発明において、これらの架橋剤の使用を完全に否定するものではなく、本発明の耐水性値及び変色値が満足されれば、架橋剤(硬化用樹脂)の種類に応じて適量使用することが可能である。

【0065】窒素原子を含む架橋剤としては、例えば、(1) 尿素、メラミン、ベンゾグアナミンなどとホルムアルデヒドとの付加物、(2) これらの付加物と炭素原

合物などのアミノ樹脂、(3) 多官能性イソシアネート化合物、(4) ブロックイソシアネート化合物、(5) 多官能性アジリジン化合物、(6) オキサゾリン化合物、などが挙げられる。

【0066】前記(2)記載のアミノ樹脂としては、例えば、メトキシ化メチロール尿素、メトキシ化メチロールN、N-エチレン尿素、メトキシ化メチロールジシアンジアミド、メトキシ化メチロールメラミン、メトキシ化メチロールベンゾグアナミン、ブトキシ化メチロールメラミン、ブトキシ化メチロールベンゾグアナミンなどが挙げられる。この中でも、メトキシ化メチロールメラミン、ブトキシ化メチロールメラミン、およびメチロール化ベンゾグアナミンなどが好適である。

【0067】前記(3)記載の多官能性イソシアネート化合物としては、例えば、低分子または高分子の芳香族、脂肪族のジイソシアネート、3価以上のポリイソシアネート、などが挙げられる。

【0068】ポリイソシアネートとしては、テトラメチレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、トルエンジイソシアネート、ジフェニルメタンジイソシアネート、水素化ジフェニルメタンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、水素化キシリレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、およびこれらのイソシアネート化合物の3量体などが例示される。

【0069】さらに、これらのイソシアネート化合物の過剰量と、エチレングリコール、プロピレングリコール、トリメチロールプロパン、グリセリン、ソルビトール、エチレンジアミン、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミンなどの低分子活性水素化合物、またはポリエステルポリオール類、ポリエーテルポリオール類、ポリアミド類などの高分子活性水素化合物とを反応させて得られる末端イソシアネート基含有化合物、などが挙げられる。

【0070】前記(4)記載のブロックイソシアネートは、上記イソシアネート化合物とブロック化剤とを公知の方法より付加反応させて合成することができる。

【0071】イソシアネートブロック化剤としては、例えば、(a) フェノール、クレゾール、キシレノール、レゾルシノール、ニトロフェノール、クロロフェノールなどのフェノール類、(b) チオフェノール、メチルチオフェノールなどのチオフェノール類、(c) アセトキシム、メチルエチケトオキシム、シクロヘキサノンオキシムなどのオキシム類、(d) メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノールなどのアルコール類、(e) エチレングリコールヒドリン、1, 3-ジクロロ-2-プロパノールなどのハロゲン置換アルコール類、(f) t-ブタノール、t-ペンタノールなどの第3級アルコール類、(g) ε-カプロラクタム、δ-バレロ



などのラクタム類、(h) 芳香族アミン類、(i) イミド類、(j) アセチルアセトン、アセト酢酸エステル、マロン酸エチルエステルなどの活性メチレン化合物、(k) メルカプタン類、(l) イミン類、(m)、尿素類、(n) ジアリール化合物類、(o) 重亜硫酸ソーダ、などを挙げることができる。

【0072】フェノール類を含む架橋剤としては、例えば、アルキル化フェノール類、クレゾール類などのホルムアルデヒドとの縮合物のフェノールホルムアルデヒド樹脂が挙げられる。

【0073】フェノールホルムアルデヒド樹脂としては、例えば、アルキル化（メチル、エチル、プロピル、イソプロピルまたはブチル）フェノール、p-tert-アミルフェノール、4, 4'-sec-ブチリデンフェノール、p-tert-ブチルフェノール、o-クレゾール、m-クレゾール、p-クレゾール、p-シクロヘキシルフェノール、4, 4'-イソプロピリデンフェノール、p-ニルフェノール、p-オクチルフェノール、3-ペンタデシルフェノール、フェノール、フェニル o-クレゾール、p-フェニルフェノール、キシレノールなどのフェノール類とホルムアルデヒドとの縮合物を挙げられる。

【0074】窒素原子またはフェノール類を含まない架橋剤として、多官能性エポキシ化合物が挙げられる。これは窒素原子を含むアミン系の架橋触媒を用いることが多いため、触媒起因の着色が起こる。また、触媒量低減またはアミン等を含まない触媒を用いることにより、着色を押さえることが可能ではあるが、架橋が不十分であったり、回収時にゲル状の混合物が増加するため好ましくない。

【0075】前記記載の多官能性エポキシ化合物としては、例えば、ビスフェノールAのジグリシジルエーテルおよびそのオリゴマー、水素化ビスフェノールAのジグリシジルエーテルおよびそのオリゴマー、オルソフタル酸ジグリシジルエステル、イソフタル酸ジグリシジルエステル、テレフタル酸ジグリシジルエステル、p-オキシ安息香酸ジグリシジルエステル、テトラヒドロフタル酸ジグリシジルエステル、ヘキサヒドロフタル酸ジグリシジルエステル、コハク酸ジグリシジルエステル、アジピン酸ジグリシジルエステル、セバシン酸ジグリシジルエステル、エチレングリコールジグリシジルエーテル、プロピレングリコールジグリシジルエーテル、1, 4-ブタンジオールジグリシジルエーテル、1, 6-ヘキサジオールジグリシジルエーテルおよびポリアルキレングリコールジグリシジルエーテル類、トリメリット酸トリグリシジルエステル、トリグリシジルイソシアヌレート、1, 4-ジグリシジルオキシベンゼン、ジグリシジルプロピレン尿素、グリセロールトリグリシジルエーテル、トリメチロールプロパントリグリシジルエーテ

リセロールアルキレンオキサイド付加物のトリグリシジルエーテル、などが挙げられる。

【0076】多官能エポキシ化合物の触媒として、トリエチルベンジルアンモニウムクロライド、テトラメチルアンモニウムクロライド等の4級アンモニウム塩、ベンジルジメチルアミン、トリブチルアミン、トリス（ジメチルアミノ）メチルフェノール等の3級アミン、2-メチル-4-エチルイミダゾール、2-メチルイミダゾール等のイミダゾール化合物、ピリジン、メチルピリジン等の含窒素複素環化合物、また、アミン等を含まない触媒としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等の強塩基、ほうふつ化亜鉛、四塩化すず等の金属化合物などが挙げられる。

【0077】本発明において、被覆層形成のために使用する塗布液は、特に溶媒系を限定するものではないが、作業環境及び環境保護の面から水系塗布液であることが好ましい。上記水系塗布液を基材フィルム表面に塗布する際には、基材フィルムへの濡れ性を向上させ、塗布液を均一にコートするために、公知のアニオン系界面活性剤やノニオン系界面活性剤を適量添加することが好ましい。

【0078】また、塗布液には、性能向上のために、複数の他の樹脂等を塗布液に添加してもよい。

【0079】さらに、塗布液中には、ハンドリング性、帯電防止性、抗菌性など、他の機能性をフィルムに付与するために、無機及び/または有機粒子、帯電防止剤、紫外線吸収剤、有機潤滑剤、抗菌剤、光酸化触媒などの添加剤を含有させることができる。

【0080】特に、本発明の易接着ポリエステルフィルムは、透明性の点から、基材の中に不活性粒子を実質上含有させていないので、フィルムのハンドリング性や耐スクラッチ性を向上させるために、被覆層中に適切な大きさの粒子を塗布液中に適量含有させ、被覆層表面に凹凸を形成させることが好ましい。

【0081】かかる粒子の例としては、(1) 炭酸カルシウム、リン酸カルシウム、シリカ、シリカーアルミナ複合酸化物粒子、カオリン、タルク、二酸化チタン、アルミナ、硫酸バリウム、フッ化カルシウム、フッ化リチウム、ゼオライト、硫化モリブデン等の無機粒子、

(2) 架橋ポリスチレン、架橋ポリメチルメタクリレート、架橋アクリル、などの架橋高分子粒子、(3) シリコン樹脂粒子、ポリイミド粒子、フッ素系樹脂粒子、などの耐熱性高分子粒子、(4) シュウ酸カルシウム等の有機粒子を挙げることができる。なかでも、シリカ粒子はポリエステル樹脂と屈折率が比較的近く、高透明のフィルムを得やすいため最も好適である。

【0082】被覆層中に含有させる粒子の平均粒径は、20nm以上1000nm以下が好ましい。さらに好ましくは30~500nmであり、特に好ましくは40~

フィルムの被覆面が粗面化し、フィルムの透明性が低下する傾向がある。一方、20nm未満では、ハンドリング性や耐スクラッチ性が不十分となりやすい。

【0083】また、上記塗布液中に含まれる粒子含有量は、乾燥後の被覆層における樹脂組成物（樹脂と粒子が主成分）の固形分に対して1～50重量%が好ましい。さらに好ましくは3～40重量%、特に好ましくは5～30重量%である。被覆層の粒子含有量が50重量%を超えると、フィルムの透明性、接着性が損なわれることがある。一方、1重量%未満ではハンドリング性や耐スクラッチ性が不十分となりやすい。

【0084】フィルムの被覆層中に、前記粒子を2種類以上配合してもよく、同種の粒子で粒径の異なるものを配合してもよい。いずれにしても、粒子の平均粒径および含有量が、上記の範囲を満足することが好ましい。

【0085】塗布液に用いる溶剤は、特に限定されないが、作業環境及び環境保護の点から選択される。特に溶剤として水を用いた場合には、水以外にエタノール、イソプロピルアルコール、ベンジルアルコールなどのアルコール類を、全塗布液に対し50重量%未満の範囲で混合しても良い。さらに、10重量%未満であれば、アルコール類以外の有機溶剤を溶解可能な範囲で混合してもよい。但し、塗布液中のアルコール類とその他の有機溶剤との合計量は、50重量%未満とすることが好ましい。

【0086】有機溶剤の添加量が50重量%未満であれば、塗布乾燥時に乾燥性が向上するとともに、水のみの場合と比べ被覆層の外観が向上するという効果がある。50重量%以上では、溶剤の蒸発速度が速くなるため塗工中に塗布液の濃度変化が起こり、塗布液の粘度が上昇して塗工性が低下する。その結果、被覆層の外観不良が起こりやすくなる。さらに、環境面、作業者の健康面、火災の危険性などからも好ましくない。

【0087】本発明でいう易接着層とは、後述の方法にしたがって測定したときの光硬化型アクリル系コート層との接着性が85%以上有する被覆層を意味し、好ましくは90%以上であり、特に好ましくは95%以上である。ここで、接着性とはJIS-K5400の8.5.1に準拠したクロスカット法を用いた下式から求めた値を意味する。

接着性(%) = (1 - 剥離したマス目の数 / マス目の総数) × 100

【0088】(易接着フィルムの製造方法) 次に、本発明の光学用易接着フィルムの好適な製造方法について、ポリエチレンテレフタレート（以下、PETと略記する）を例にして説明するが、当然これに限定されるものではない。

【0089】不活性粒子を実質的に含有していないPET樹脂ペレットを十分に真空乾燥した後、押出し機に供

却金属ロールにシート状に熔融押し出し、静電印加法により冷却固化せしめて未延伸PETシートを得る。前記未延伸PETシートは、単層構成でもよいし、共押し出し法による複層構成であってもよい。

【0090】前記のフィルム原料として使用するPET樹脂は、低オリゴマー処理、及び触媒失活処理あるいはオリゴマー再生抑止処理を行なっておくことが、フィルム加熱後のヘイズ値の変化を低減するのに特に有効である。

【0091】前記の触媒の失活処理あるいはオリゴマー再生抑止処理を行わない場合には、低オリゴマー処理を行ったPET樹脂でも、メルトライン中で時間の経過とともにオリゴマーが再生しやすくなる。したがって、PETを押し出し機へ投入後Tダイからシート状に熔融押し出しするまでの滞留時間を20分以内、より好ましくは12分以内に制御することにより、フィルム製膜後のフィルム中の環状3量体含有量を5000ppm以下にすることができ、フィルム加熱後のヘイズ値の変化を低減するのに有効である。

【0092】さらに、基材フィルムの原料PET樹脂中に含まれている異物を除去するために、熔融押し出しの際に熔融樹脂が約280℃に保たれたメルトライン中の任意の場所で、高精度濾過を行う。熔融樹脂の高精度濾過に用いられる濾材は、特に限定はされないが、ステンレス焼結体の濾材の場合、触媒起因の凝集物、重縮合反応缶に気液界面に析出したスケールの脱落物、外部から混入したコンタミ物及び高融点ポリエステルなどのゲルの除去性能に優れ好適である。

【0093】熔融樹脂の高精度濾過に用いられる濾材の濾過粒子サイズ（初期濾過効率95%）は15μm以下が好ましい。濾材の濾過粒子サイズが15μmを超えると、20μm以上の異物の除去が不十分となりやすい。濾過粒子サイズ（初期濾過効率95%）が15μm以下の濾材を使用して熔融樹脂の高精度濾過を行うことにより生産性が低下する場合があるが、全光線透過率が高く、光学欠点が少ない光学用フィルムを得るには極めて好適である。

【0094】また、厚みが180μm以上の厚手の二軸延伸PETフィルムを製造する場合、未延伸PETシートは回転冷却ロールとの接触面とは反対側の表面が急冷させにくいため、該表面で結晶化が進む傾向にある。そのため、未延伸PETシートの透明性が不十分となりやすいため、未延伸PETシート製造時にフィルム厚み方向を均一に急冷することが必要となる。

【0095】未延伸PETシートを厚み方向に均一に冷却する方法としては、熔融PET樹脂を回転冷却ドラム上にダイスからシート状に押し出し、シート状の熔融PETを回転冷却ドラムに密着させる際に、冷却ドラムとの接触面とは反対側の表面に、例えば高速気流を吹きつ

布する方法、槽内の冷却用液体に接触させる方法、などを併用することにより未延伸PETシートの両面を急冷する方法が、易接着フィルムの全光線透過率を90%以上にするのに有効である。

【0096】得られた未延伸PETシートを、80～120℃に加熱したロールで長手方向に2.5～5.0倍延伸して、一軸延伸PETフィルムを得る。さらに、フィルムの端部をクリップで把持して、70～140℃に加熱された熱風ゾーンに導き、乾燥後幅方向に2.5～5.0倍に延伸する。引き続き160～240℃の熱処理ゾーンに導き、1～60秒間の熱処理を行い、結晶配向を完了させる。

【0097】このフィルム製造工程中の任意の段階で、PETフィルムのどちらか片面に、前記の樹脂を主たる構成成分とする塗布液を塗布する。塗布液中の固形分濃度は、5～30重量%であることが好ましく、特に好ましくは7～15重量%である。

【0098】この塗布液中には、特定粒径の微粒子を特定量含有させ、被覆層表面に凹凸を形成させることが好ましい。さらに、被覆層を構成する樹脂が芳香族ポリエステル系樹脂または酸価が $200\text{eq/t}$ 以上のアクリル系樹脂から選ばれる単独樹脂、樹脂混合物または共重合体樹脂である場合には、2重結合を有する酸無水物を含有する少なくとも1種のモノマーからなるラジカル重合体を5重量%以上含有させ、塗布液中に酸化合物を樹脂に対して1～10重量%添加することが好ましい。

【0099】さらに、塗布液中の異物を除去することは、本発明の易接着フィルムの光学欠点を低減し、全光線透過率を90%以上にするために有効である。

【0100】塗布液を精密濾過するための濾材は、濾過粒子サイズ（初期濾過効率：95%）が $25\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。濾過粒子サイズが $25\mu\text{m}$ を超えると、粗大凝集物の除去が不十分となりやすい。そのため、濾過で除去できなかった粗大凝集物は、塗布乾燥後の一軸延伸又は二軸延伸工程での延伸応力により広がって、 $100\mu\text{m}$ 以上の凝集物として認識され、フィルムの光学欠点となったり全光線透過率を低下させる原因になりやすい。

【0101】塗布液を精密濾過するための濾材のタイプは、上記性能を有していれば特に限定はなく、例えば、フィラメント型、フェルト型、メッシュ型が挙げられる。塗布液を精密濾過するための濾材の材質は、上記性能を有しかつ塗布液に悪影響を及ぼさない限り特に限定はなく、例えば、ステンレス、ポリエチレン、ポリプロピレン、ナイロン等が挙げられる。

【0102】この塗布液を塗布するには、公知の任意の方法で行うことができる。例えば、リバースロール・コート法、グラビア・コート法、キス・コート法、ロールブラッシュ法、スプレーコート法、エアナイフコート

浸・コート法およびカーテン・コート法などが挙げられ、これらの方法を単独であるいは組み合わせて行うことができる。

【0103】被覆層は、二軸延伸PETフィルム基材に上記塗布液を塗布しても良いし（オフラインコート法）、未延伸あるいは一軸延伸後のポリエステルフィルム基材に上記塗布液を塗布した後、乾燥し、さらに一軸延伸あるいは二軸延伸を行なった後、熱固定を行っても良いが（インラインコート法）、本発明の効果の点から後者のインラインコート法が好ましい。該塗布液が塗布されたフィルムは、延伸および熱固定のためにテンターに導かれ、そこで加熱されて、架橋反応により安定な被膜を形成することができる。

【0104】未延伸あるいは一軸延伸後のポリエステルフィルム基材に上記塗布液を塗布した後、乾燥、延伸する、いわゆるインラインコート法の場合、塗布後の乾燥工程では水等の溶剤分のみを取り除き、かつ被覆層の架橋反応が進行しない温度及び時間を選定する必要がある。

【0105】乾燥温度は70～140℃で行うことが好ましく、乾燥時間は塗布液の固形分濃度及び塗布量に応じて調整するが、温度（℃）と時間（秒）の積として3,000以下とすることが好ましい。積が3,000を越えると、被覆層が延伸前に架橋反応を起こし、被覆層に割れ等が生じるため、本発明の目的を達成することが困難となる。

【0106】また、被覆層は延伸後、フィルム幅長が変化しない様にフィルムを固定した状態で、赤外線ヒーターにより被覆層を250～260℃で0.5～1秒間の短時間で加熱処理することが架橋反応を促進する上で好ましい。この際、水性塗布液中に酸化合物を水性樹脂に対して1～10重量%添加していると、架橋反応がさらに促進され被覆層がより強固となる。そのため、フィルムを加熱した際にフィルム表面に析出してくるオリゴマーを被覆層によりブロックし、被覆層表面にオリゴマーが析出するのを抑制することができる。その結果、フィルム加熱後のヘイズ値の変化を低減するのに特に有効である。但し、この方法を適用する場合、基材フィルム中のオリゴマーの析出を被覆層によりブロックするという作用の点から、基材フィルムの両面に被覆層を設けることが好ましい。

【0107】延伸後のフィルムは通常2～10%程度の弛緩処理を行うが、本発明においては被覆層の歪みが少ない状態、すなわちフィルム幅長が変化しないように固定した状態で、赤外線ヒーターで被覆層を加熱することが好ましい。このような方法を採用することにより、被覆層内の架橋が促進されより強固となり、本発明の効果が発現しやすくなる。加熱温度または時間が前記条件より大きいと、フィルムの結晶化または溶解が起こりやす

たは時間が前記条件より小さいと、被覆層の架橋が不十分となり、本発明の効果が不十分となりやすい。

【0108】最終的に得られる被覆フィルム表面の被覆層の乾燥後塗布量（フィルム単位面積当りの固形分重量）は、 $0.04 \sim 5.0 \text{ g/m}^2$ であることが好ましく、特に好ましくは $0.2 \sim 4.0 \text{ g/m}^2$ である。乾燥後の塗布量が $0.04 \text{ g/m}^2$ 未満であると、接着性が不十分となる。塗布量が $5.0 \text{ g/m}^2$ を超えると、光学欠点となる被覆層中の異物の数が相対的に増加するとともに、全光線透過率が低下し、好ましくない。

【0109】本発明の易接着フィルムは、被覆層と該被覆層に積層される各種材料との接着性をさらに向上させるために、必要に応じて、該被覆層にコロナ処理、火炎処理、電子線照射等による表面処理を行なってもよい。

【0110】なお、未延伸フィルム作成後から塗布工程における空気中のクリーン度（ $0.5 \mu$ 以上の粒子数/ $\text{ft}^3$ ）を、クラス100、000となるようヘパフィルターによりコントロールすることは、フィルム表面に付着する異物を低減させるのに有効である。

【0111】本発明における易接着フィルムの厚みは、 $50 \sim 300 \mu\text{m}$ が好ましく、特に好ましくは $100 \sim 250 \mu\text{m}$ である。フィルム厚みが $50 \mu\text{m}$ 未満では、剛性が不十分となり好ましくない。一方、フィルム厚みが $300 \mu\text{m}$ を超えると、フィルム中に存在する光学欠点となる異物が相対的に増加し、全光線透過率を低下させるので好ましくない。

【0112】

【実施例】次に、本発明の光学用易接着フィルムを実施例及び比較例により詳しく説明するが、当然これらに限定されるものではない。また、本実施例で得られたフィルムの特性の評価は下記の方法により行なった。

【0113】（1）ポリエステル固有粘度  
フェノール60重量%と1, 1, 2, 2-テトラクロロエタン40重量%の混合溶媒にポリエステル樹脂を溶解し、固形分をガラスフィルターで濾過した後、 $30^\circ\text{C}$ にて測定した。

【0114】（2）異物の個数

（a）光学欠点の検出

まず、 $250 \text{ mm} \times 250 \text{ mm}$ のフィルム片16枚を準備する。投光器として $20 \text{ W} \times 2$ 灯の蛍光灯をXYテーブル下方 $400 \text{ mm}$ に配置し、スリット幅 $10 \text{ mm}$ のマスクを設ける。投光器と受光器を結ぶ線上と、測定するフィルム面の鉛直方向との角度を $12$ 度にし、光を入射する。光学欠点が存在すると、その部分が光り輝く。その光量をXYテーブル上方 $500 \text{ mm}$ に配置したCCDイメージセンサカメラで電気信号に変換し、その電気信号を増幅し、微分してスレッショールドレベルとコンパレータで比較して、光学欠点の検出信号を出力する。また、CCDイメージセンサカメラから入力されたビデ

$0 \mu\text{m}$ 以上の大きさと認識される光学欠点を検出し、その位置を表示する。この測定をフィルム片16枚すべてについて行なった。

【0115】（b）異物または凝集粗大物の大きさ  
前記（a）の方法で検出した欠点部分から、異物による光学欠点及び被覆層中の粗大凝集物による光学欠点を選び出す。さらに適当な大きさに切り取って、スケール付き顕微鏡を用い、フィルム面に対して垂直方向から観察した時の大きさを測定した。基材フィルム中の異物による光学欠点の場合、 $20 \mu\text{m}$ 以上の最大径を有する異物の個数（個/ $\text{m}^2$ ）を求めた。被覆層中の粗大凝集物の場合、 $100 \mu\text{m}$ 以上の最大径を有する異物の個数（個/ $\text{m}^2$ ）を求めた。フィルム両面に被覆層を有する場合、基材フィルムの異物の測定は一方の被覆層を溶剤で除去して行なった。

【0116】（c）フィルム表面の凹凸の高さ及び深さ  
前記（a）の方法で検出した欠点部分から、基材フィルム表面及びフィルム中の異物による光学欠点、及び被覆層中の粗大凝集物による光学欠点を選び出した。さらに適当な大きさに切り取って、アルミニウム蒸着を行なった。アルミニウム蒸着面を非接触式三次元粗さ計（マイクロマップ社製、550）を用いて、フィルム面に対して垂直方向から観察した時の大きさ、高さ及び深さを測定した。

【0117】フィルム表面の異物の個数とは、フィルム表面に存在する凸部の高さが $1 \mu\text{m}$ 以上で最大径が $20 \mu\text{m}$ 以上の形状を有し、凸部に隣接している所から $100 \mu\text{m}$ 以内の凹部の深さが $0.5 \mu\text{m}$ 以上の異物の個数（個/ $\text{m}^2$ ）を意味する。

【0118】フィルム中の異物の個数とは、フィルム中に存在する最大径が $20 \mu\text{m}$ 以上の異物をフィルム面に対して垂直方向から観察したときの個数（個/ $\text{m}^2$ ）を意味する。

【0119】被覆層の粗大凝集物の個数とは、被覆層の表面及び内部に存在する最大径が $100 \mu\text{m}$ 以上の異物の個数（個/ $\text{m}^2$ ）を意味する。

【0120】（3）接着性

フィルムの被覆層面に、ハードコート剤（大日精化社製、セイカビームEXF01（B））を#8ワイヤバーにより塗布し、 $70^\circ\text{C}$ で1分間乾燥し溶剤を除去した。次いで、フィルムを送り速度 $5 \text{ m/分}$ で走行させながら、高圧水銀灯を用いて照射エネルギー $200 \text{ mJ/cm}^2$ 、照射距離 $15 \text{ cm}$ の条件下で、厚み $3 \mu\text{m}$ のハードコート層を形成させた。

【0121】得られたフィルムをJIS-K5400の8.5.1記載に準じた試験方法を計3回繰返し、接着性を求めた。具体的には、隙間間隔 $2 \text{ mm}$ のカッターガイドを用いて、ハードコート層と被覆層を貫通して基材フィルムに達する $100$ 個のマス目状の切り傷をつけ

5番; 2.4mm幅)をマス目状の切り傷面に貼り付け、消しゴムでこすって完全に付着させる。

【0122】その後、垂直にセロハン粘着テープをフィルムから引き剥がした。さらに、同一箇所にセロハン粘着テープを貼り付けて引き剥がす操作を、繰り返して最初の操作を含めて計3回行なった。計3回の操作後、フィルムから剥がれたマス目の数を目視で数え、下記の式から接着性を求める。なお、マス目の中で部分的に剥離しているものも剥がれたマス目として数える。

$$\text{接着性 (\%)} = (1 - \text{剥がれたマス目の数} / 100) \times 100$$

#### 【0123】(4) 耐水性値

フィルムの被覆層面に、オフセットインキ(ティーアンドケイ東華社製、ベストキュア161)をRIテスター(明製作所社製、RI-3)により転写させた。次いで、フィルムを送り速度5m/分で走行させながら、高圧水銀灯を用いて照射エネルギー200mJ/cm<sup>2</sup>、照射距離15cmの条件下で、厚み1μmのインキ層を形成させた。

【0124】得られたフィルムを水の入ったオートクレーブ(トミー精工社製、SR-240)に入れ、120℃で1時間加圧ボイル処理した。ボイル処理後、オートクレーブを常圧に戻し、オートクレーブ内からフィルムを取り出した。フィルム表面に付着した水を取り除き、室温で12時間放置した。

【0125】ボイル処理後のフィルムのインキ層側表面に対し、前記(3)と同様にJIS-K5400の8.5.1記載に準じた試験方法で接着性を求め、耐水性値とする。なお、マス目の中で部分的に剥離しているものも剥がれたマス目として数える。

$$\text{耐水性値 (\%)} = (1 - \text{剥がれたマス目の数} / 100) \times 100$$

#### 【0126】(5) 耐水性

前記(3)に記載の方法で作成した、厚み3μmのハードコート層を被覆層面に形成させたポリエステルフィルムを、60℃、95%RHの雰囲気下で静置した。500時間経過後、フィルムを取りだし、23℃、60RH%の雰囲気下で12時間放置した。

【0127】その後、前記(3)と同様にJIS-K5400の8.5.1記載に準じた試験方法を計3回繰り返して、接着性を求めた。具体的には、隙間間隔2mmのカッターガイドを用いて、ハードコート層と被覆層を貫通して基材フィルムに達する100個のマス目状の切り傷をつける。次いで、セロハン粘着テープ(ニチバン社製、405番; 2.4mm幅)をマス目状の切り傷面に貼り付け、消しゴムでこすって完全に付着させる。

【0128】その後、垂直にセロハン粘着テープをフィルムから引き剥がした。さらに、同一箇所にセロハン粘着テープを貼り付けて引き剥がす操作を、繰り返して最

イルムから剥がれたマス目の数を目視で数え、下記の式から接着性を求め、耐水性とする。なお、マス目の中で部分的に剥離しているものも剥がれたマス目として数える。

$$\text{耐水性 (\%)} = (1 - \text{剥がれたマス目の数} / 100) \times 100$$

#### 【0129】(6) ヘイズ

JIS-K7105に準拠し、ヘイズメーター(東京電色工業社製、モデルTC-H3DP)を用いて測定した。

#### 【0130】(7) 色相

色差計(日本電色社製、Z-1001DP)によりLab値を測定し、黄色度の尺度であるb値を使用した。b値が高いほど、黄色度が強いことを示す。ポリエステルの場合、熱劣化していることを示す尺度となる。

#### 【0131】(8) 熔融成型後の変色値

被覆層を有するポリエステルフィルムを短冊状に裁断し、133Paの減圧下で135℃で6時間乾燥した後、押出し機(池貝鉄工社製、PCM-30)に投入し、吐出量200g/分、シンリンダ温度280℃、回転数80rpmで熔融樹脂を直径5mmのノズルからストランド状に押し出した後、水槽中で冷却し、次いで切断することによって回収ペレットを得た。前記押出し機への短冊状フィルムの供給開始から、ノズルからの熔融樹脂の流出開始までの経過時間は130秒であった。

【0132】この回収ペレットのb値(b)、およびテスト前の積層フィルムのb値(b<sub>0</sub>)を色差計により測定し、これらの差を熔融成型後の変色値と定義する。

$$\text{変色値} = b - b_0$$

【0133】(9) 回収原料を用いたフィルム中の異物フィルム原料ポリマーとして、固有粘度が0.62dl/gで、かつ粒子を実質上含有していないPET樹脂ペレットと前記(7)で作成した回収ペレットを60:40の重量比で混合し、133Paの減圧下、135℃で6時間乾燥した。

【0134】その後、ペレット混合物を押出し機(池貝鉄工社製、PCM-30)に供給し、シンリンダ温度280℃、吐出量250g/分、回転数150rpmでTダイよりシート状に熔融押し出して、表面温度20℃に保った回転冷却金属ロール上で静電印加法により急冷固化し、厚さ1400μmの未延伸シートを得た。前記押出し機への短冊状フィルムの供給開始から、Tダイからの熔融樹脂の流出開始までの経過時間は310秒であった。

【0135】次に、この未延伸シートを加熱されたロール群及び赤外線ヒーターで100℃に加熱し、その後周速差のあるロール群で長手方向に3.5倍延伸して一軸配向PETフィルムを得た。続いて、フィルムの端部をクリップで把持して、130℃に加熱された熱風ゾーン

00  $\mu\text{m}$ の二軸延伸PETフィルムを得た。

【0136】得られたフィルムを前記(2)記載の方法によりフィルム中の20  $\mu\text{m}$ 以上の最大径を有する異物の個数(個/ $\text{m}^2$ )を求めた。

【0137】(10)回収ポリマーを用いたフィルムの外観

得られたフィルムを透過光及び反射光により観察し、目視でフィルムの状態を観察し、下記の基準でランク分けをする。なお、観察は該評価に精通した5名で行ない、最も多いランクを評価ランクとする。仮に、2つのランクで同数となった場合には、3つに分かれたランクの中心を採用した。例えば、◎と○が各2名で△が1名の場合は○を、◎が1名で○と△が各2名の場合には○を、◎と△が各2名で○が1名の場合には○を、それぞれ採用する。

【0138】

◎：着色がなく、透明で均一である

○：僅かに着色しているが、透明で均一である

△：着色しており、少し濁りが観察される

×：著しく着色しており、濁りや不透明な部分が観察される

【0139】(11)加熱後のヘイズ値の変化

フィルムを8cm×10cmの短冊状に2枚切り取り、ヘイズメーター(東京電色社製、TC-H3DP)で各8点を2回測定する。計16点の測定値の平均値を初期

ヘイズ値 $H_0$ (%)とする。これらの短冊状のフィルムをクリップで保持し、150℃の熱風オーブン中で30分間加熱した。フィルムを放冷した後、上記初期ヘイズ値 $H_0$ の測定方法と同様にして、加熱後のヘイズ値 $H_1$ (%)を測定する。これらのヘイズ値の差( $H_1 - H_0$ )を加熱後のヘイズ値の変化と定義する。

【0140】(共重合ポリエステル調製)攪拌機、温度計、および部分還流式冷却器を具備したステンレスチール製オートクレーブに、ジメチルテレフタレート345重量部、1,4-ブタンジオール211重量部、エチレングリコール270重量部、およびテトラ-*n*-ブチルチタネート0.5重量部を仕込み、160℃から220℃まで、4時間かけてエステル交換反応を行った。次いで、フマル酸14重量部およびセバシン酸160重量部を加え、200℃から220℃まで1時間かけて昇温し、エステル化反応を行った。次いで255℃まで昇温し、反応系を徐々に減圧した後、29.3Paの減圧下で1時間30分反応させ、ポリエステル(a-1)を得た。得られたポリエステルは、淡黄色透明であった。

【0141】同様の方法で、別の共重合組成のポリエステル樹脂(a-2)を得た。得られたポリエステル樹脂(a-1)及び(a-2)の、NMRで測定した組成及び重量平均分子量を表1に示す。

【0142】

【表1】

	共重合組成(モル%)		
	A-1	A-2	A-3
テレフタル酸	70	46	21
セバシン酸	26	—	75
イソフタル酸	—	46	—
5-ナトリウムスルホイソフタル酸	—	4	4
フマル酸	4	4	—
エチレングリコール	50	50	50
1,4-ブタンジオール	50	—	50
ネオペンチルグリコール	—	50	—
重量平均分子量	20,000	15,000	18,000
芳香族成分(モル%)	70	96	25

【0143】実施例1

(グラフト樹脂の調整)攪拌機、温度計、還流装置と定量滴下装置を備えた反応器に共重合ポリエステル樹脂(a-1)75重量部、メチルエチルケトン56重量部およびイソプロピルアルコール19重量部を入れ、65℃で加熱、攪拌し、樹脂を溶解した。樹脂が完全に溶解した後、無水マレイン酸15重量部をポリエステル溶液に添加した。

【0144】次いで、スチレン10重量部、およびアゾ

のメチルエチルケトンに溶解した溶液を0.1ml/分でポリエステル溶液中に滴下し、さらに2時間攪拌を続けた。反応溶液から分析用のサンプリングを行った後、メタノール5重量部を添加した。次いで、水300重量部とトリエチルアミン15重量部を反応溶液に加え、1時間攪拌した。その後、反応器内温を100℃に上げ、メチルエチルケトン、イソプロピルアルコール、過剰のトリエチルアミンを蒸留により留去し、水分散性グラフト樹脂(b-1)を得た。この水分散性グラフト樹脂

400eq/tであった。

【0145】（塗布液の調整）得られた水分散性グラフト樹脂（b-1）の25重量%水分散液を40重量部、水を24重量部およびイソプロピルアルコールを36重量部、それぞれ混合し、さらにアニオン系界面活性剤の10重量%水溶液を0.6重量部、プロピオン酸を1重量部、コロイダルシリカ粒子（日産化学工業社製、スノーテックスOL、平均粒径40nm）の20重量%水分散液を塗布液に対し5重量%添加し、塗布液（以下、塗布液C-1と略記）とした。

【0146】（PET樹脂の製造）エステル化反応缶を昇温し、200℃に到達した時点で、テレフタル酸を86.4重量部及びエチレングリコールを64.4重量部からなるスラリーを仕込み、攪拌しながら触媒として三酸化アンチモンを0.017重量部及びトリエチルアミンを0.16重量部添加した。次いで、加圧昇温を行いゲージ圧0.34MPa、240℃の条件で、加圧エステル化反応を行った。

【0147】その後、エステル化反応缶内を常圧に戻し、酢酸マグネシウム4水和物0.071重量部、次いでリン酸トリメチル0.014重量部を添加した。さらに、15分かけて260℃に昇温し、リン酸トリメチル0.012重量部、次いで酢酸ナトリウム0.0036重量部を添加した。15分後、得られたエステル化反応生成物を重縮合反応缶に移送し、減圧下260℃から280℃へ徐々に昇温し、285℃で重縮合反応を行った。

【0148】重縮合反応終了後、95%カット径が5μmのナスロン製フィルターで濾過処理を行った。ヘパフィルターで空気中の1μm以上の異物を減少させた密閉された部屋で、予め濾過処理（孔径：1μm以下）を行なった冷却水を流しながら、冷却水槽中に溶融樹脂をノズルから押し出し、このストランド状PET樹脂をカットしてPETチップを得た。得られたPETチップ（A）は、固有粘度が0.62dl/g、Sb含有量が144ppm、Mg含有量が58ppm、P量が40ppm、カラーL値が56.2、カラーb値が1.6であり、不活性粒子及び内部析出粒子は実質上含有していなかった。

【0149】（易接着PETフィルムの製造）このPET樹脂を133Paで減圧下135℃で6時間乾燥した後、押し出し機に供給し、280℃で再溶融した。メラライン中で溶融樹脂を濾過粒子サイズ（初期濾過効率95%）が15μmのステンレス製焼結濾材を用いて濾過し、滞留時間6分でTダイのスリットからシート状に押し出し、表面温度が30℃の回転冷却ロール上で静電印加法を用いて急冷固化し、厚さ1400μmの未延伸シートを得た。

【0150】次に、この未延伸シートを加熱されたロー

速差のあるロール群で長手方向に二段階に分け総縦延伸倍率3.5倍で延伸して縦一軸延伸PETフィルムを得た。

【0151】次いで、前記塗布液を濾過粒子サイズ（初期濾過効率95%）が25μmのフェルト型ポリプロピレン製濾材で精密濾過し、リバースロール法により縦一軸延伸PETフィルムの両面に塗布した。塗布後引き続いて、フィルムの端部をクリップで把持して、130℃に加熱された熱風ゾーンに導き1秒間乾燥した後、幅方向に4.0倍に延伸し、さらにフィルムの幅方向の長さを固定した状態で赤外線ヒーターにより250℃で0.6秒間熱処理して、両面に被覆層を有する厚さ100μmの二軸延伸PETフィルムを得た。被覆層の最終塗布量は固形分量で0.50g/m<sup>2</sup>であった。条件を表2に、得られた結果を表3に示す。

#### 【0152】実施例2

共重合ポリエステルをA-2とした以外は、前記と同様の方法により塗布液C-2を得た。このグラフト体の酸価は1370eq/tであった。この塗布液を用いて、未延伸シートの厚さが1750μm、製膜後の厚さが125μmであること以外は、実施例1と同様の方法で、両面に被覆層を有する二軸延伸PETフィルムを得た。条件を表2に、得られた結果を表3に示す。

#### 【0153】実施例3

未延伸シートの厚さが2632μm、製膜後の厚さが188μmであり、冷却ロールとの接触面とは反対側の表面に高速気流を吹きつけて冷却をした以外は、実施例1と同様の方法で、両面に被覆層を有する二軸延伸PETフィルムを得た。条件を表2に、得られた結果を表3に示す。

#### 【0154】実施例4

溶融樹脂の異物除去用濾材として、濾過粒子サイズ（初期濾過効率95%）が10μmのステンレス製焼結濾材を用いた以外は、実施例2と同様の方法で、両面に被覆層を有する厚さ100μmの二軸延伸PETフィルムを得た。条件を表2に、得られた結果を表3に示す。

#### 【0155】実施例5

溶融樹脂の異物除去用濾材として、濾過粒子サイズ（初期濾過効率95%）が10μmのステンレス製焼結濾材を用いた以外は、実施例1と同様の方法で、両面に被覆層を有する厚さ100μmの二軸延伸PETフィルムを得た。条件を表2に、得られた結果を表3に示す。

#### 【0156】実施例6

塗布液を精密濾過するための濾材として、濾過粒子サイズ（初期濾過効率95%）が10μmのフェルト型ポリプロピレン製濾材を用いた以外は、実施例1と同様の方法で、両面に被覆層を有する厚さ100μmの二軸延伸PETフィルムを得た。条件を表2に、得られた結果を表3に示す。

被覆層を設けなかったこと以外は実施例1と同様にし、両面に被覆層を有する厚さ100 $\mu$ mの二軸延伸PETフィルムを得た。条件を表2に、得られた結果を表3に示す。

#### 【0158】比較例2

実施例1において、プロピオン酸のみを添加しなかった塗布液を調整した（塗布液C-1'）。この塗布液C-1'を使用し、かつ赤外線ヒーターではなく温風ヒーターで加熱した以外は実施例1と同様の方法で、両面に被覆層を有する厚さ100 $\mu$ mの二軸延伸PETフィルムを得た。条件を表2に、得られた結果を表3に示す。

#### 【0159】比較例3

異物除去用濾材として、濾過粒子サイズ（初期濾過効率95%）が20 $\mu$ mのステンレス製焼結濾材を用いた以外は、実施例1と同様の方法で、両面に被覆層を有する厚さ100 $\mu$ mの二軸延伸PETフィルムを得た。条件を表2に、得られた結果を表3に示す。

#### 【0160】比較例4

共重合ポリエステルA-3のみの水分散体（グラフト体なし）を塗布液（塗布液C-3）として用いた以外は、実施例2と同様の方法で、両面に被覆層を有する厚さ125 $\mu$ mの二軸延伸PETフィルムを得た。条件を表2に、得られた結果を表3に示す。

#### 【0161】比較例5

フィルム用PET樹脂（B）として、平均粒径（遠心沈降式光透過型粒度分布測定法；島津製作所製、SA-C P3）が1.0 $\mu$ mの凝集体シリカ粒子のエチレングリコールスラリー（11重量%）を、2番目のトリメチルフォスフェート添加後に生成PET樹脂に対しシリカ粒子として2000ppmをエステル化反応缶に添加したこと、及び重縮合反応完了後に95%カット径が28 $\mu$ mのナスロン製フィルターで濾過処理を行ったこと以外は、実施例1と同様な方法でPET樹脂を得た。

【0162】得られたPET樹脂（B）は、固有粘度が0.60dl/g、Sb含有量が144ppm、Mg含有量が58ppm、P量が40ppm、カラーL値が5

7.6、カラーb値が1.2であり、シリカ粒子をPETに対して2000ppm含有していた。

【0163】前記の粒子を含有していないPET樹脂（A）と上記シリカ粒子含有PET樹脂（B）を90：10の重量比で混合し、PET樹脂の溶融押出し工程で溶融樹脂を濾過処理する際に濾過粒子サイズ（初期濾過効率95%）20 $\mu$ mのステンレス製焼結濾材を用いたこと以外は、実施例1と同様にし、両面に被覆層を有する厚み100 $\mu$ m二軸配向PETフィルムを得た。条件を表2に、得られた結果を表3に示す。

#### 【0164】比較例6

塗布液を精密濾過するための濾材として、濾過粒子サイズ（初期濾過効率95%）が50 $\mu$ mのフェルト型ポリプロピレン製濾材を用いた以外は、実施例3と同様の方法で両面に被覆層を有する厚み188 $\mu$ m二軸配向PETフィルムを得た。条件を表2に、得られた結果を表3に示す。

#### 【0165】比較例7

異物除去用濾材として、濾過粒子サイズ（初期濾過効率95%）が15 $\mu$ mのステンレス製焼結濾材を用いて、冷却ロールとの接触面とは反対側の表面に高速気流を吹きつけて冷却することをしなかった以外は、実施例5と同様の方法で両面に被覆層を有する厚み188 $\mu$ m二軸配向PETフィルムを得た。条件を表2に、得られた結果を表3に示す。

#### 【0166】比較例8

塗布液（C-4）として、塗布液（C-3）100部、多官能性エポキシ架橋剤（デナコールEX-313、ナガセ化成（株）製）20部と45重量%のほうふつ化亜鉛水溶液2部の混合液を用いた以外は、実施例2と同様の方法で両面に被覆層を有する厚み125 $\mu$ m二軸配向PETフィルムを得た。条件を表2に、得られた結果を表3に示す。

#### 【0167】

【表2】



	フィルム 厚み ( $\mu\text{m}$ )	フィルム 中の粒子	塗布液	濾材の濾過粒子 サイズ		未延伸 シートの 冷却の 有無
				溶融樹脂用 ( $\mu\text{m}$ )	塗布液用 ( $\mu\text{m}$ )	
実施例1	100	無し	C-1	15	25	無し
実施例2	125	無し	C-2	15	25	無し
実施例3	188	無し	C-1	15	25	有り
実施例4	125	無し	C-2	10	25	無し
実施例5	100	無し	C-1	10	25	有り
実施例6	100	無し	C-1	15	10	無し
比較例1	100	無し	—	15	—	無し
比較例2	100	無し	C-1'	15	25	無し
比較例3	100	無し	C-1	20	25	無し
比較例4	125	無し	C-3	15	25	無し
比較例5	100	有り	C-1	15	25	無し
比較例6	188	無し	C-1	15	50	有り
比較例7	188	無し	C-1	15	25	無し
比較例8	125	無し	C-4	15	25	無し

【0168】

【表3】

	接着性 (%)	耐水性値 (%)	溶融成 型後の 変色値	加熱後の ヘイズ値 の変化 (%)	フィルムの ヘイズ (%)	フィルム 表面の異 物の個数 (個/ $\text{m}^2$ )	フィルム 中の異物 の個数 (個/ $\text{m}^2$ )	被覆層 中の粗大 凝集物 (個/ $\text{m}^2$ )	耐水性	回収ペレット からのフィルム	
										異物 個数	外観
実施例1	100	100	3.1	8.3	0.4	1	4	0	96	7	○
実施例2	99	100	3.7	9.0	0.4	1	6	0	93	12	○
実施例3	100	100	3.3	8.5	0.5	2	9	3	92	15	○
実施例4	98	100	4.0	7.3	0.4	0	3	1	90	5	○
実施例5	99	100	3.2	7.9	0.5	0	3	0	92	6	○
実施例6	98	100	3.0	8.7	0.4	1	6	0	93	11	○
比較例1	0	0	2.0	21.0	0.3	1	4	—	0	6	○
比較例2	85	80	5.8	17.0	0.4	2	5	0	77	10	○
比較例3	97	85	5.3	18.1	0.5	3	80	0	94	149	○
比較例4	92	60	4.5	16.3	0.4	2	6	1	43	12	○
比較例5	95	79	4.8	16.4	3.3	2	5	0	80	13	○
比較例6	94	85	4.9	17.9	1.2	38	6	49	92	30	○
比較例7	96	82	5.4	18.1	0.9	21	87	0	91	170	○
比較例8	92	100	7.0	14.7	0.6	3	6	4	99	250	△

【0169】

【発明の効果】本発明の被覆層を有する光学用易接着フィルムは、次のような作用効果がある。

【0170】第1に、被覆層の架橋を強固とすることで被覆層の耐水性値を高くすることができ、耐水性に優れるという効果が得られる。

【0171】第2に、強固な架橋を有する被覆層を基材フィルムの両面に設けることで、表面層へのオリゴマーの析出を防止し、加熱後のヘイズ値の変化を低減することができる。また、基材フィルムの原料ポリエステルを

脂の滞留時間を短縮することで、フィルム中のオリゴマー量を低減し、加熱後のヘイズ値の変化を低減することができる。その結果、後加工工程でフィルムの加熱白化を防止することができる。

【0172】第3に、基材フィルム中に粒子を実質的に含有させず、被覆層中に特定の平均粒径を有する粒子を特定量含有させ、さらに基材フィルムの製造時及び塗布液を高精度濾過することで、光学欠点を減少させることができる。

【0173】第4に、被覆層樹脂を架橋させる際に、窒素化合物を被覆層中に導入し、被覆層を有するフィルム全体

を使用しないことで、製品とならなかった被覆層を有するポリエステルフィルムを回収・再利用する際に、加熱後の変色が小さく、かつ異物の析出も少ないという効果が得られる。

【0174】すなわち、本発明の光学易接着フィルムは、実質的に粒子を含有しない二軸延伸ポリエステルフィルムを基材とし、該基材の少なくとも片面に水溶性または水分散性樹脂を主たる構成成分とする被覆層を設けてなる被覆フィルムであり、基材フィルム表面の特定形状を有する異物が少なく、かつ加熱後の変色値、および加熱後のヘイズ値の変化を小さく、さらに前記被覆フィルムの耐水性値を特定範囲とすることで、光学欠点が少

なく、接着性、耐水性、回収性、加熱白化防止性、透明性に優れるという特徴を有している。

【0175】そのため、本発明のフィルムの用途は光学用フィルムの全般にわたり、プリズムレンズシート、AR（アンチリフレクション）フィルム、ハードコートフィルム、拡散板、破砕防止フィルムなどのLCDやフラットTV、CRTなどの光学用部材のベースフィルム、プラズマディスプレイ用の前面板に部材である近赤外線吸収フィルタ、タッチパネルやエレクトロルミネッセンスなどの透明導電性フィルム、などに好適に使用することができる。

#### フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7  
// C09J 7/02

識別記号

FI  
C09J 7/02

タームコード (参考)  
Z

- (72) 発明者 東浦 真哉  
滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡績株式会社フィルム開発研究所堅田フィルムセンター内
- (72) 発明者 佐藤 昌由  
大阪府大阪市北区堂島浜二丁目2番8号 東洋紡績株式会社本社内
- (72) 発明者 水野 直樹  
福井県敦賀市東洋町10番24号 東洋紡績株式会社フィルム開発研究所敦賀フィルムセンター内
- (72) 発明者 松岡 幹雄  
大阪府大阪市北区堂島浜二丁目2番8号 東洋紡績株式会社本社内

Fターム(参考) 4F100 AA20B AA20C AK24B AK24C  
AK25B AK25C AK41A AK42A  
AK42B AK42C AL04B AL04C  
AL05B AL05C BA03 BA06  
BA10B BA10C BA15 CA18B  
CA18C CA23B CA23C DD19B  
DD19C DE01B DE01C DE01H  
EJ38A GB41 GB90 JB07  
JB07B JB07C JJ03 JK06  
JL16 JM01B JM01C JN08B  
JN08C JN28B JN28C YY00B  
YY00C  
4J002 BG042 BD122 BG001 BG002  
BG062 CF001 CK001 CM042  
CP032 DD036 DE146 DE236  
DG026 DG046 DH046 DJ006  
DJ016 DJ036 EG036  
4J004 AA10 AA15 CA06 CC02 CC03  
FA04 FA10